

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/002700

International filing date: 21 February 2005 (21.02.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP  
Number: 2004-056401  
Filing date: 01 March 2004 (01.03.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 17 March 2005 (17.03.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

23. 2. 2005

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日            2 0 0 4 年   3 月   1 日  
Date of Application:

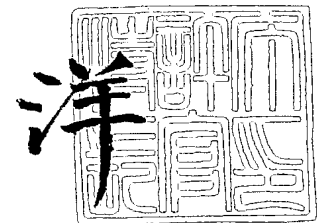
出 願 番 号            特 願 2 0 0 4 - 0 5 6 4 0 1  
Application Number:  
[ST. 10/C]:            [ J P 2 0 0 4 - 0 5 6 4 0 1 ]

出      願      人            花 王 株 式 有 限 公 司  
Applicant(s):

2 0 0 5 年   1 月   5 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小 川



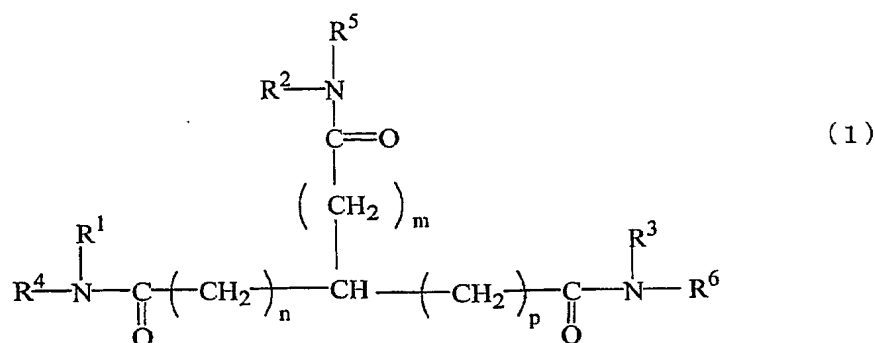
【書類名】 特許願  
【整理番号】 P04-002200  
【提出日】 平成16年 3月 1日  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【国際特許分類】 C09K 3/00  
【発明者】  
    【住所又は居所】 和歌山県和歌山市湊 1 3 3 4 花王株式会社研究所内  
    【氏名】 宮島 哲也  
【発明者】  
    【住所又は居所】 和歌山県和歌山市湊 1 3 3 4 花王株式会社研究所内  
    【氏名】 井原 毅  
【発明者】  
    【住所又は居所】 和歌山県和歌山市湊 1 3 3 4 花王株式会社研究所内  
    【氏名】 水島 洋泉  
【特許出願人】  
    【識別番号】 0000000918  
    【氏名又は名称】 花王株式会社  
【代理人】  
    【識別番号】 100078732  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 大谷 保  
【手数料の表示】  
    【予納台帳番号】 003171  
    【納付金額】 21,000円  
【提出物件の目録】  
    【物件名】 特許請求の範囲 1  
    【物件名】 明細書 1  
    【物件名】 図面 1  
    【物件名】 要約書 1

【書類名】 特許請求の範囲

【請求項 1】

一般式 (1)

【化 1】



(式中、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 及び $\text{R}^3$ はそれぞれ独立に水素原子又は炭素数1～3のアルキル基であり、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 及び $\text{R}^3$ の少なくとも一つは水素原子である。 $\text{R}^4$ 、 $\text{R}^5$ 及び $\text{R}^6$ は、それぞれ独立にエーテル基、アミド基、エステル基、アミノ基及び水酸基の中から選ばれる少なくとも一種を含んでいてもよい全炭素数6～24の飽和もしくは不飽和の直鎖状又は分岐状炭化水素基を示し、 $m$ 、 $n$ 及び $p$ は、それぞれ独立に0～3の整数を示す。)で表されるアミド化合物。

【請求項 2】

一般式 (1) において、 $m$ が2、 $n$ が0であり、かつ $p$ が3である請求項 1 に記載のアミド化合物。

【請求項 3】

請求項 1 又は 2 に記載のアミド化合物を含むゲル化剤。

【請求項 4】

油性基材と、請求項 3 に記載のゲル化剤を含むゲル状組成物。

【書類名】明細書

【発明の名称】アミド化合物

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は、新規なアミド化合物及び該アミド化合物を含むゲル化剤とゲル状組成物に関する。さらに詳しくは、本発明は、化粧品分野などにおける油性基材のゲル化剤などとして有用な新規なアミド化合物、及び油性基材に対して優れたゲル化能を有し、またゲル強度が高く透明性の良好なゲル状組成物を得ることができる前記アミド化合物を含むゲル化剤に関する。

【背景技術】

【0 0 0 2】

従来、油性基材のゲル化剤としては、12-ヒドロキシステアリン酸、ジベンジリデン-D-ソルビトール等の芳香族アルデヒドと多価アルコールとの縮合物や、N-ラウロイル-L-グルタミン酸ジブチルアミドが知られており、この物質をゲル化剤として含む化粧料が報告されている（例えば、特許文献1参照）。

しかしながら、これらのゲル化剤は、油性基材に対する溶解性が低いという問題を有している。そして、これらのゲル化剤を用いて調製したゲル状組成物は溶存状態が悪く不均一になるため十分なゲル強度を有しておらず、皮膚に塗布するための化粧料としてゲル状組成物を調製した場合には、剤型がもろく強度面で問題が生じることがあった。また、これらゲル化剤と油性基材とを用いて得られるゲル状組成物の外観はいずれも白色であり、透明性に欠け美的観点からも好ましくない。

【0 0 0 3】

【特許文献1】特開昭51-19139号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0 0 0 4】

本発明の第一の目的はゲル化剤として有用な新規なアミド化合物を提供することにある。第二の目的は、油性基材に対して優れたゲル化能を有し、また、ゲル強度が高く、透明性の良好なゲル状組成物を得ることができるゲル化剤を提供することにある。第三の目的は上記の特性を有するゲル化剤と油性基材とを含み、ゲル強度が高く、透明性の良好なゲル状組成物を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0 0 0 5】

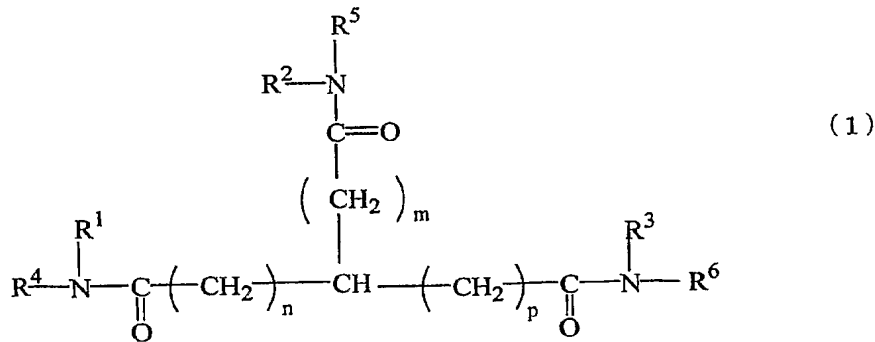
本発明者らは、特定の構造を有するアミド化合物が、油性基材のゲル化剤として前記目的に適合し得ることを見出した。また、前記アミド化合物と油性基材とから調製されたゲル状組成物は、ゲル強度が高く、透明性が良好であること、そして化粧料として使用するために十分な強度を有しており、スティック形状などに成型した場合にも皮膚への塗布が容易であることを見出した。

すなわち、本発明は、

(1) 一般式(1)

【0 0 0 6】

## 【化1】



## 【0007】

(式中、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 及び $\text{R}^3$ はそれぞれ独立に水素原子又は炭素数1～3のアルキル基であり、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 及び $\text{R}^3$ の少なくとも一つは水素原子である。 $\text{R}^4$ 、 $\text{R}^5$ 及び $\text{R}^6$ は、それぞれ独立にエーテル基、アミド基、エステル基、アミノ基及び水酸基の中から選ばれる少なくとも一種を含んでもよい全炭素数6～24の飽和もしくは不飽和の直鎖状又は分岐状炭化水素基を示し、 $m$ 、 $n$ 及び $p$ は、それぞれ独立に0～3の整数を示す。)

で表されるアミド化合物、

(2) 上記(1)のアミド化合物を含むゲル化剤、及び

(3) 油性基材と、上記(2)のゲル化剤を含むゲル状組成物、  
を提供する。

## 【発明の効果】

## 【0008】

本発明によれば、化粧品分野などにおける油性基材のゲル化剤などとして有用な新規なアミド化合物、及び該アミド化合物を含み、油性基材に対して優れたゲル化能を有するゲル化剤と、ゲル強度が高く、透明性の良好なゲル状組成物を提供することができる。

## 【発明を実施するための最良の形態】

## 【0009】

本発明のアミド化合物は、前記一般式(1)で表されるアミド化合物であり、この一般式(1)において、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 及び $\text{R}^3$ は、それぞれ独立に水素原子又は炭素数1～3のアルキル基であり、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 及び $\text{R}^3$ の少なくとも一つは水素原子であるが、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 及び $\text{R}^3$ のうち二つ以上が水素原子であることが好ましい。また、前記炭素数1～3のアルキル基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基が挙げられるが、これらの中でメチル基が好ましい。この $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 及び $\text{R}^3$ は、たがいに同一でも異なってもよい。

また、 $\text{R}^4$ 、 $\text{R}^5$ 及び $\text{R}^6$ は、エーテル基、アミド基、エステル基、アミノ基及び水酸基の中から選ばれる少なくとも一種を含んでもよい全炭素数6～24の飽和もしくは不飽和の直鎖状又は分岐状炭化水素基を示す。

## 【0010】

直鎖状飽和炭化水素基としては、例えばヘキシル、ヘプチル、オクチル、ノニル、デシル、ウンデシル、ドデシル、トリデシル、テトラデシル、ペンタデシル、ヘキサデシル、ヘプタデシル、オクタデシル、イコシル、ドコシル、テトラコシルなどの基が挙げられる。

分岐状飽和炭化水素基としては、分岐の位置は特に限定されず、例えばメチルペンチル、メチルヘキシル、エチルヘキシル、メチルノニル、ジメチルオクチル、テトラメチルオクチル、メチルドデシル、ジメチルウンデシル、トリメチルデシル、ヘキシルデシル、メチルペンタデシル、ジメチルテトラデシル、トリメチルトリデシル、テトラメチルドデシル、オクチルドデシル、デシルテトラデシルなどの基が挙げられる。

直鎖状又は分岐状不飽和炭化水素基としては、不飽和結合の位置は特に限定されず、例えばヘキセニル、オクテニル、デセニル、ドデセニル、テトラデセニル、ヘキサデセニル

、オクタデセニル、イコセニル、ドコセニル、テトラコセニル、メチルペンテニル、メチルヘキセニル、エチルヘキセニル、メチルノネニル、ジメチルオクテニル、テトラメチルオクテニルなどの基が挙げられる。

#### 【0011】

水酸基を有する直鎖状又は分岐状飽和炭化水素基としては、水酸基の位置は特に限定されず、例えば、ヒドロキシヘキシル、ヒドロキシオクチル、ヒドロキシデシル、ヒドロキシシドデシル、ヒドロキシテトラデシル、ヒドロキシヘキサデシル、ヒドロキシオクタデシル、ヒドロキシイコシル、ヒドロキシドコシル、ヒドロキシテトラコシル、ヒドロキシメチルペンチル、ヒドロキシメチルヘキシル、ヒドロキシエチルヘキシル、ヒドロキシメチルノニル、ヒドロキシジメチルオクチル、ヒドロキシテトラメチルオクチルなどの基が挙げられる。

水酸基を有する直鎖状又は分岐状不飽和炭化水素基としては、水酸基、不飽和結合の位置は特に限定されず、例えば、ヒドロキシヘキセニル、ヒドロキシオクテニル、ヒドロキシデセニル、ヒドロキシドデセニル、ヒドロキシテトラデセニル、ヒドロキシヘキサデセニル、ヒドロキシオクタデセニル、ヒドロキシイコセニル、ヒドロキシドコセニル、ヒドロキシテトラコセニル、ヒドロキシメチルペンテニルなどの基が挙げられる。

#### 【0012】

エーテル基を有する炭化水素基としては（エチルヘキシロキシ）エチル、ドデシロキシエチル、オクタデシロキシエチル、オクタデシロキシプロピル、（（オクタデシロキシ）エチロキシ）エチル、オクタデセニロキシプロピルなどの基が挙げられる。

アミド基を有する炭化水素基としては、N-オクタデシロイルアミノエチル、N-ドデシロイルアミノプロピル、N-オクタデセニロイルアミノプロピル、N-（2-エチルヘキサノイル）アミノエチルなどの基が挙げられる。

エステル基を有する炭化水素基としては、2-ステアロイルオキシエチル基が挙げられ、アミノ基を有する炭化水素基としては、N，N-ジオクチル-3-アミノプロピル基が挙げられる。

これらのうち、 $R^4$ 、 $R^5$ 及び $R^6$ の各々としては、このアミド化合物により形成されるゲルの透明性及び強度の点から炭素数8～24の飽和もしくは不飽和の直鎖状又は分岐状炭化水素基、及びエーテル基を有する上記炭化水素基、特にオクタデシロキシエチレン、オクタデシロキシプロピレンが好ましく、さらに炭素数8～22の飽和もしくは不飽和の直鎖状又は分岐鎖状炭化水素基が好ましい。

前記一般式（1）において、 $m$ 、 $n$ 及び $p$ は、それぞれ独立に0～3の整数を示すが、本発明においては、特に、 $m$ が2、 $n$ が0であり、かつ $p$ が3であるものが好ましい。

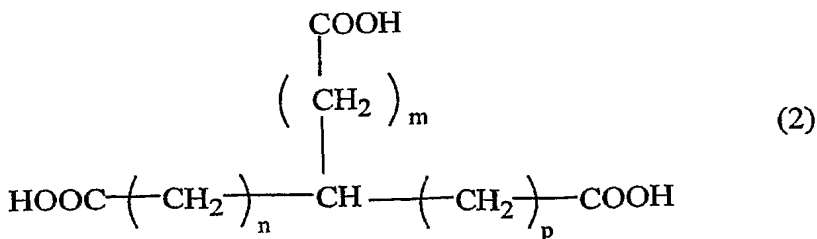
#### 【0013】

このような構造を有するアミド化合物の製造方法については、当該構造を有するアミド化合物が得られる方法であればいずれも使用でき、特に制限はないが、例えば以下に示す方法により製造することができる。

すなわち、前記一般式（1）で表されるアミド化合物は、一般式（2）

#### 【0014】

##### 【化2】



#### 【0015】

（式中、 $m$ 、 $n$ 及び $p$ は、前記と同じである。）

で表されるアルカントリカルボン酸又はその反応性誘導体と、一般式 (3-a)、(3-b)、(3-c)

【0016】

【化3】



【0017】

(式中、 $R^1 \sim R^6$ は、前記と同じである。)

で表されるアミン化合物を反応させることにより、製造することができる。

前記一般式 (3-a)、(3-b) 及び (3-c) の各々で表される各アミン化合物は、たがいにより同一であっても異なってもよいが、少なくとも一つは一級アミンであることが好ましい。

また、前記一般式 (2) で表されるアルカントリカルボン酸の反応性誘導体としては、該アルカントリカルボン酸におけるカルボン酸の少なくとも一部が、低級アルキルエステル化、酸ハロゲン化物化又は酸無水物化しているものを挙げることができるが、本発明においては、遊離のアルカントリカルボン酸を用いるのが有利である。

【0018】

前記一般式 (2) で表されるアルカントリカルボン酸と、一般式 (3-a)、(3-b)、(3-c) で表されるアミン化合物の使用割合は、本発明のアミド化合物を収率よく得るためには、上記アミン化合物を、化学量論的量よりも過剰に用いることが好ましく、上記アルカントリカルボン酸 1 モルに対し、アミン化合物が、通常 3 ~ 10 モル、好ましくは 3 ~ 6 モルの範囲で用いられる。

反応は、一般に 120 ~ 220℃ の反応温度において行うことができる。反応時間は、反応温度及び原料のアルカントリカルボン酸やアミン化合物の種類などに左右され、一概に定めることはできないが、通常 1 ~ 20 時間程度で十分である。

このようにして、一般式 (1) で表される本発明のアミド化合物を得ることができる。

【0019】

本発明のゲル化剤は、前述の本発明のアミド化合物を含むものであるが、それ以外にも公知の油性基材のゲル化剤を含有できる。その場合、該アミド化合物のゲル化剤の含有量は少なくとも 30 質量% の範囲であることが好ましい。なお、公知の油性基材のゲル化剤としては、12-ヒドロキシステアリン酸、ジベンジリデン-D-ソルビトール等の芳香族アルデヒドと多価アルコールとの縮合物、特開昭 51-19139 号公報に開示された N-ラウロイル-L-グルタミン酸ジブチルアミドや、特開昭 61-11364 号公報に開示されたポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン、特開平 3-6283 号公報に開示されたジヒドロラノステロール、特開平 11-35826 号公報に開示されたアルコキシアルキルポリシロキサン、特開 2002-80599 号公報に開示されたアミノ酸誘導体セグメント含有シロキサンポリマー等のシリコンのゲル化剤などが挙げられる。更に、ゲル化剤には、用途及び必要に応じて、水、界面活性剤、水ゲル化剤その他各種



添加剤等を含有することができる。

#### 【0020】

上記界面活性剤としては、アニオン性界面活性剤、非イオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤、又は両性界面活性剤のいずれを用いてもよい。アニオン性界面活性剤としては、例えば、アルキル硫酸塩、アルキルポリアルキレンオキシド硫酸塩、アルキルリン酸塩エステル、脂肪酸塩、N-長鎖アシルアミノ酸塩、ジアルキルスルホコハク酸エステル塩、アルキルエーテルカルボン酸塩などを挙げるることができる。

非イオン性界面活性剤としては、例えば、アルキルポリアルキレンオキシド、ソルビタン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、アルキルグルコシド、モノまたはポリグリセリン脂肪酸エステル、グリセリンアルキルエーテル、アルキルポリアルキレンオキシドグリセリンエーテル、脂肪酸アルカノールアミド、アルキルアミノオキシドなどを挙げるることができる。

#### 【0021】

カチオン性界面活性剤としては、例えば、アルキルアンモニウムクロライド、ジアルキルアンモニウムクロライドやそれらの4級アンモニウム塩、ベンザルコニウム塩、脂肪酸アシルアルギニンエステルなどを挙げるることができる。

両性界面活性剤としては、例えば、カルボキシベタインなどのベタイン型界面活性剤、アミノカルボン酸型界面活性剤、イミダゾリン型界面活性剤などを挙げるることができる。

水ゲル化剤としては、架橋化ポリカルボン酸塩や疎水化多糖誘導体などが挙げられる。

#### 【0022】

その他の各種添加剤としては、例えば、グリシン、アラニン、セリン、スレオニン、アルギニン、グルタミン酸、アスパラギン酸、ロイシン、バリンなどのアミノ酸類；グリセリン、エチレングリコール、1, 3-ブチレングリコール、プロピレングリコールなどの多価アルコール；ポリグルタミン酸、ポリアスパラギン酸などを含むポリアミノ酸およびその塩、ポリエチレングリコール、アラビアゴム類、アルギン酸塩、キサンタンガム、ヒアルロン酸、ヒアルロン酸塩、キチン、キトサン、水溶性キチン、カルボキシビニルポリマー、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウムクロライド、ポリ塩化ジメチルメチレンピペリジウム、ポリビニルピロリドン誘導体四級アンモニウム、カチオン化プロテイン、コラーゲン分解物およびその誘導体、アシル化タンパク、ポリグリセリンなどの水溶性高分子化合物；マンニトールなどの糖アルコールおよびそのアルキレンオキシド付加物；エタノール、プロパノールなどの低級アルコール等が挙げられ、その他、動植物抽出物、核酸、ビタミン、酵素、抗炎症剤、殺菌剤、防腐剤、抗酸化剤、紫外線吸収剤、キレート剤、制汗剤、顔料、色素、酸化染料、有機及び無機粉体、pH調整剤、パール化剤、湿潤剤、香料などの添加剤も使用することができる。

#### 【0023】

本発明のゲル状組成物は、油性基材と、前述の本発明のゲル化剤を含むものであり、このような油性基材としては、加熱により、該ゲル化剤を十分に溶解させ、室温に冷却した際にゲルを形成するものであればよく、特に制限されず、例えばシリコン油やセチルアルコール、イソステアリルアルコール、ラウリルアルコール、ヘキサデシルアルコール、オクチルドデカノール等の高級アルコール；イソステアリン酸、ウンデシレン酸、オレイン酸等の脂肪酸；ミリスチン酸ミリスチル、ラウリン酸ヘキシル、オレイン酸デシル、ミリスチン酸イソプロピル、ジメチルオクタン酸ヘキシルデシル、モノステアリン酸グリセリン、フタル酸ジエチル、モノステアリン酸エチレングリコール、オキシステアリン酸オクチル等のエステル類；流動パラフィン、ワセリン、スクワラン、スクワレン等の炭化水素化合物；ラノリン、還元ラノリン、カルナバロウ等のロウ、ヤシ油、パーム核油、ツバキ油、ゴマ油、ヒマシ油、オリーブ油等の油脂；ピネン、リモネン、テルピノーレン、ゲラニオール、シトロネロール、メントール、シトラール、シトロネラル、バニリン、ウンデカラクトン、メチルノニルケトン、プレゴン、ヌートカトン、クマリン、ムスコ、シクロペンタデカノン、シクロペンタデカノリド等の香料などが挙げられ、これら油性基

材は単一でもまた混合しても用いることができる。

#### 【0024】

シリコン油の例としては、メチルポリシロキサン、高重合メチルポリシロキサン、ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体、ポリオキシプロピレン・メチルポリシロキサン共重合体等のエーテル変性シリコン、ステアロキシメチルポリシロキサン、ステアロキシトリメチルシラン、メチルハイドロジェンポリシロキサン、オクタメチルポリシロキサン、あるいはデカメチルシクロペンタシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、テトラヒドロテトラメチルシクロテトラシロキサン、メチルシクロポリシロキサン及びドデカメチルシクロヘキサシロキサン等の環状シリコン；メチルフェニルポリシロキサン、トリメチルシロキシケイ酸、アミノエチルアミノプロピルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体等のアミノ変性シリコン、シラノール変性ポリシロキサン、アルコキシ変性ポリシロキサン、脂肪酸変性ポリシロキサン、フッ素変性ポリシロキサン、エポキシ変性ポリシロキサン、アルコキシ変性ポリシロキサンパーフルオロポリエーテル、ポリ酢酸ビニルジメチルポリシロキサン、及びそれらの混合物からなる群より選択されるシリコン油が挙げられる。

これら油性基材のうち、強度及び透明度の観点から、シリコン油、エステル類、炭化水素化合物、油脂、水酸基を持たない上記香料、及びそれらの混合物が好ましい。

#### 【0025】

本発明のゲル状組成物においては、上記本発明のゲル化剤の含有量は、本発明のアミド化合物として、0.1～10質量%であることが好ましい。また、油性基材の含有量は、通常10～99.9質量%の範囲で選定される。油性基材の含有量が上記範囲にあれば、良好なゲル強度を得ることができる。油性基材の好ましい含有量は、20～99質量%であることが好ましい。

本発明のゲル状組成物の調製方法については特に制限はないが、例えば油性基材とゲル化剤の混合物を、均一な溶液を形成するまで攪拌しながら、50～180℃程度に加熱し、その後冷却することにより、本発明のゲル状組成物を調製することができる。

#### 【0026】

このようにして得られた本発明のゲル状組成物は、ゲル強度が高く、透明性が良好であり、その用途は特に限定されないが、例えば、ゲル状化粧料、パック化粧料、粒状化粧料などの形態の化粧料として使用することができる。また上記のゲル状組成物を調製した後、必要に応じて前述の本発明のゲル化剤に使用することのできる添加剤の一種又は二種以上を添加・混合して均一の組成物として調製することができる。その製造工程は特に限定されず、当業者が利用可能な混合、攪拌、練合などの汎用の手段を適宜用いることができる。

#### 【実施例】

##### 【0027】

##### 実施例1 アミド化合物Aの製造

2-エチルヘキシルアミン54.5g、ヘキサン-1,3,6-トリカルボン酸15.3gを脱水管のついた300mL4つ口丸底フラスコに入れ、窒素気流下150℃で、生成する水を除去しながら10時間攪拌した。常圧下、150℃で窒素の吹き込みを行い、更に150℃、6.7kPaで100gの蒸気を吹き込んで余剰のアミンを留去して、褐色のガラス状固体としてアミド化合物A（ヘキサン-1,3,6-トリカルボン酸トリ-（2'-エチルヘキシル）アミド）16gを得た。収率41%。IRチャートを図1に、4000MHz<sup>1</sup>H-NMRチャートを図2に示す。なお、IRはKBr錠剤法により、4000MHz<sup>1</sup>H-NMRは溶媒：CD<sub>3</sub>OD/CDCl<sub>3</sub>、内部標準：TMS、温度：50℃の条件で測定した。以下、同様である。

##### 【0028】

##### 実施例2 アミド化合物Bの製造

ドデシルアミン42.1g、ヘキサン-1,3,6-トリカルボン酸15.0gを脱水管のついた300mL4つ口丸底フラスコに入れ、窒素気流下160℃で、生成する水を

除去しながら7時間攪拌した。ドデシルアミン12.7gを追加して更に165℃で8時間熟成を行い、再びドデシルアミン12.7gを追加して165℃で9時間、175℃で熟成した。再びドデシルアミン12.7gを追加し175℃で8時間熟成した。IRにてカルボン酸 ( $\nu_{C=O}$ (カルボン酸)  $1720\text{ cm}^{-1}$ ) の消失を確認した後、エタノール2.5Lから再結晶、ろ過、乾燥を行い、白色の粉末固体としてアミド化合物B(ヘキサン-1,3,6-トリカルボン酸トリドデシルアミド) 40.1gを得た。収率81%。IRチャートを図3に、 $400\text{ MHz }^1\text{H-NMR}$ チャートを図4に示す。

#### 【0029】

##### 実施例3 アミド化合物Cの製造

オクタデシルアミン111.1g、ヘキサン-1,3,6-トリカルボン酸1.5gを脱水管のついた300mL4つ口丸底フラスコに入れ、窒素気流下165℃で、生成する水を除去しながら1時間攪拌した。その後165℃、4.5時間の熟成中にヘキサン-1,3,6-トリカルボン酸13.5gを3回に分けて添加し、更に5時間165℃で熟成を行なった。IRにてカルボン酸の消失を確認した後、エタノール4L、ヘキサン0.6Lの混合溶媒から再結晶、ろ過、乾燥を行い、白色の粉末固体としてアミド化合物C(ヘキサン-1,3,6-トリカルボン酸トリオクタデシルアミド) 57.1gを得た。収率85%。IRチャートを図5に、 $400\text{ MHz }^1\text{H-NMR}$ チャートを図6に示す。

#### 【0030】

##### 実施例4 アミド化合物Dの製造

3-オクタデシロキシプロピルアミン67.6gを脱水管のついた300mL4つ口丸底フラスコに入れ、窒素気流下、180℃のオイルバス中で攪拌昇温した。アミンの融解後、ヘキサン-1,3,6-トリカルボン酸10.0gを徐々に添加し、160℃で8時間攪拌した。IRにてカルボン酸の消失を確認後、エタノール1.5Lから再結晶、ろ過、乾燥を行ない、白色の粉末状固体としてアミド化合物D(ヘキサン-1,3,6-トリカルボン酸トリ(3'-オクタデシロキシプロピル)アミド) 46.9gを得た。収率89%。IRチャートを図7に、 $400\text{ MHz }^1\text{H-NMR}$ チャートを図8に示す。

#### 【0031】

##### 実施例5 アミド化合物Eの製造

オレイルアミン82.8gを脱水管のついた300mL4つ口丸底フラスコに入れ、窒素気流下、180℃のオイルバス中で攪拌昇温した。槽内が145℃に達したところでヘキサン-1,3,6-トリカルボン酸15.0gを添加し、150℃で7時間、更にオレイルアミン27.6gを加えて150℃で4時間攪拌した。IRにてカルボン酸の消失を確認後、メタノール1Lから再結晶、ろ過、乾燥を行ない、白色の粉末状固体としてアミド化合物E(ヘキサン-1,3,6-トリカルボン酸トリオレイルアミド) 40.5gを得た。収率61%。IRチャートを図9に、 $400\text{ MHz }^1\text{H-NMR}$ チャートを図10に示す。

#### 【0032】

##### 実施例6~11

実施例1~5で製造したアミド化合物A~Eそれぞれ0.5gを、表1に示す種類の油性基材9.5gに入れ、140℃のオイルバスで加熱溶解し、室温まで冷却してゲル状組成物を得た。得られたゲル状組成物のゲル強度を圧縮試験機(カトーテック株式会社「KES-G5」)で測定した。アダプターは円柱タイプ、3mmφを用い、試料台速度は0.01cm/sとした。また得られたゲル状組成物の透明度を目視で判断した。これらの結果を表1に示す。

#### 【0033】

##### 比較例1、2

アミド化合物として、12-ヒドロキシステアリン酸(比較例1)及びN-ラウロイル-L-グルタミン酸ジブチルアミド(比較例2)をそれぞれ0.5g、油性基材として表1に示す種類のものを9.5g用い、実施例6~11と同様にしてゲル状組成物を得、そのゲル強度を測定すると共に、透明度を目視で判断した。結果を表1に示す。なお、表1

における%は質量%を示す。

【0034】

【表1】

表1

	実施例6	実施例7	実施例8	実施例9	実施例10	実施例11	比較例1	比較例2
ゲル化剤	アミド化合物A							
	アミド化合物B	5%						
	アミド化合物C		5%					
	アミド化合物D			5%				
	アミド化合物E				5%	5%	5%	
油性基材	12-ヒドロキシステアリン酸							5%
	N-ラウロイル-L-グルタミン酸ジブチルアミド							
	分岐炭化水素油 (ISOSOL400K*)	95%	57%	57%			57%	57%
	シクロメチコン (SH245**)		38%	38%			38%	38%
	スクワラン				95%			
	ミリスチン酸イソプロピル					95%		
強度(N/mm <sup>2</sup> )								
透明度								
	0.028	0.081	0.080	0.023	0.015	0.006	0.003	0.017
	半透明	透明	透明	半透明	透明	透明	不透明	不透明

\*新日本石油化学株式会社製

\*\*東レ・ダウコーニング・シリコン株式会社製

表1より、実施例6～11で製造されたゲルは、比較例1、2のものに比べ、ゲル強度は同等以上であり、透明度の点で優れていることが分かる。

【産業上の利用可能性】

【0035】

本発明のアミド化合物は、油性基材に対して優れたゲル化能を有し、化粧品分野などにおける油性基材のゲル化剤などとして有用である。また、前記アミド化合物を含む本発明

のゲル化剤は、ゲル強度が高く、透明性の良好なゲル状組成物を与えることができる。このゲル状組成物は、ゲル状化粧料、パック化粧料、粒状化粧料などの形態の化粧料として使用することができる。

【図面の簡単な説明】

【0036】

【図1】 実施例1で得られたアミド化合物AのIRチャートである。

【図2】 実施例1で得られたアミド化合物Aの400MHz<sup>1</sup>H-NMRチャートである。

。

【図3】 実施例2で得られたアミド化合物BのIRチャートである。

【図4】 実施例2で得られたアミド化合物Bの400MHz<sup>1</sup>H-NMRチャートである。

。

【図5】 実施例3で得られたアミド化合物CのIRチャートである。

【図6】 実施例3で得られたアミド化合物Cの400MHz<sup>1</sup>H-NMRチャートである。

。

【図7】 実施例4で得られたアミド化合物DのIRチャートである。

【図8】 実施例4で得られたアミド化合物Dの400MHz<sup>1</sup>H-NMRチャートである。

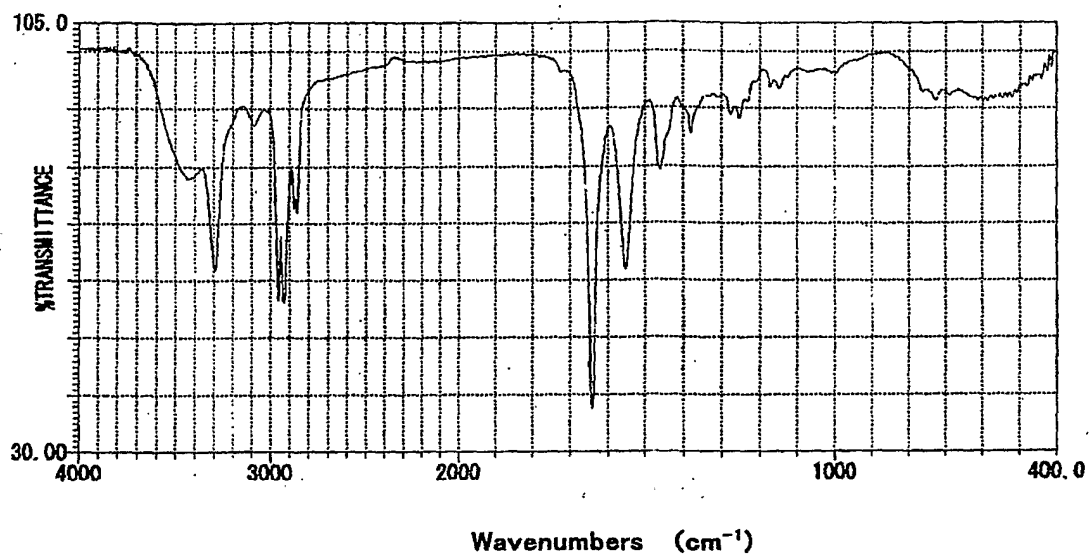
。

【図9】 実施例5で得られたアミド化合物EのIRチャートである。

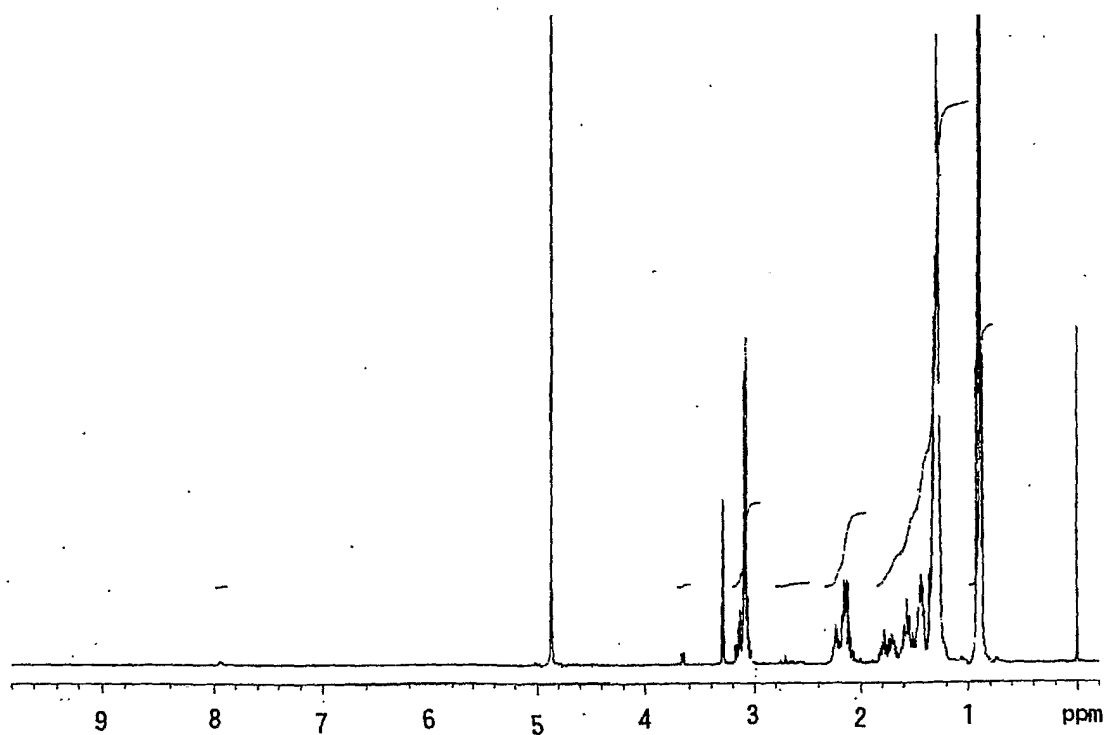
【図10】 実施例5で得られたアミド化合物Eの400MHz<sup>1</sup>H-NMRチャートである。

【書類名】 図面

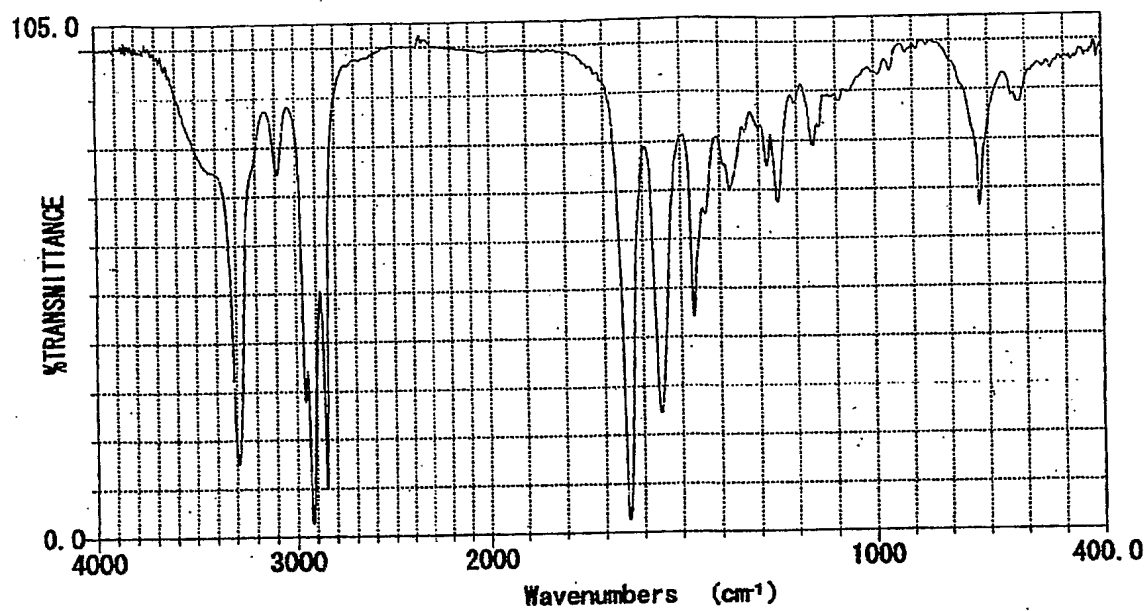
【図 1】



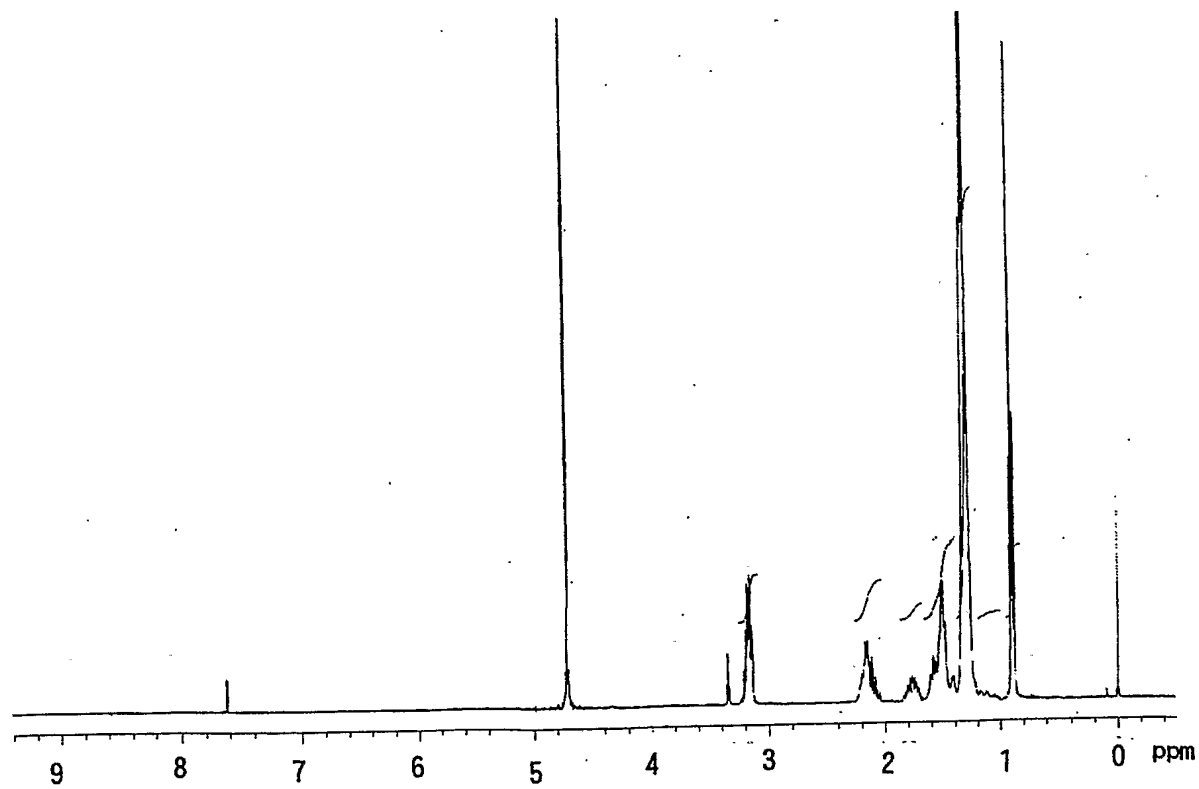
【図 2】



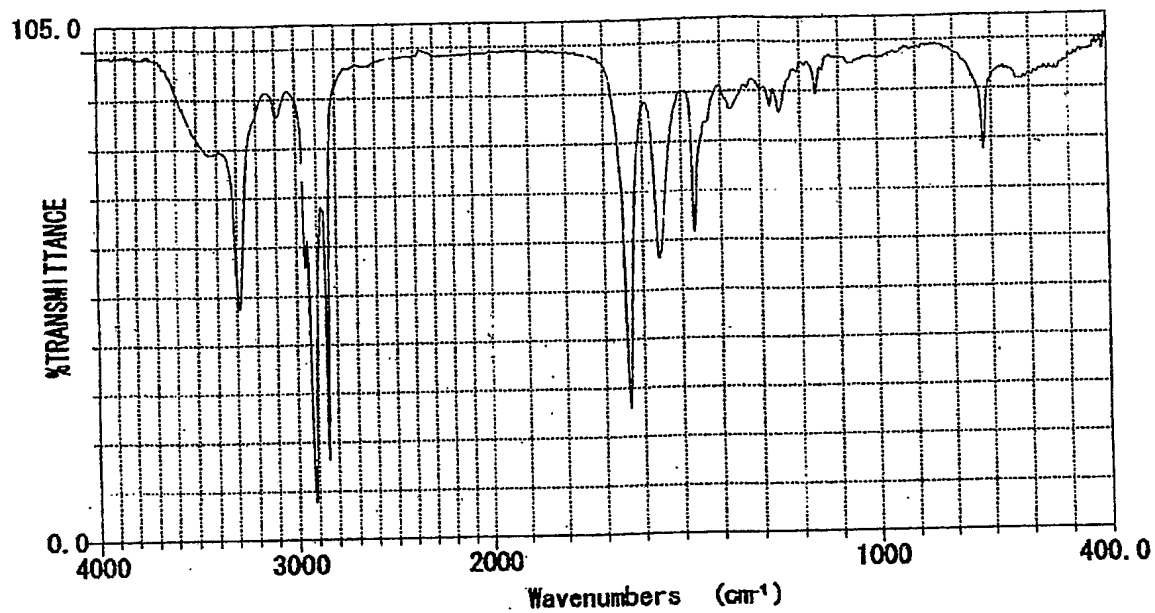
【図 3】



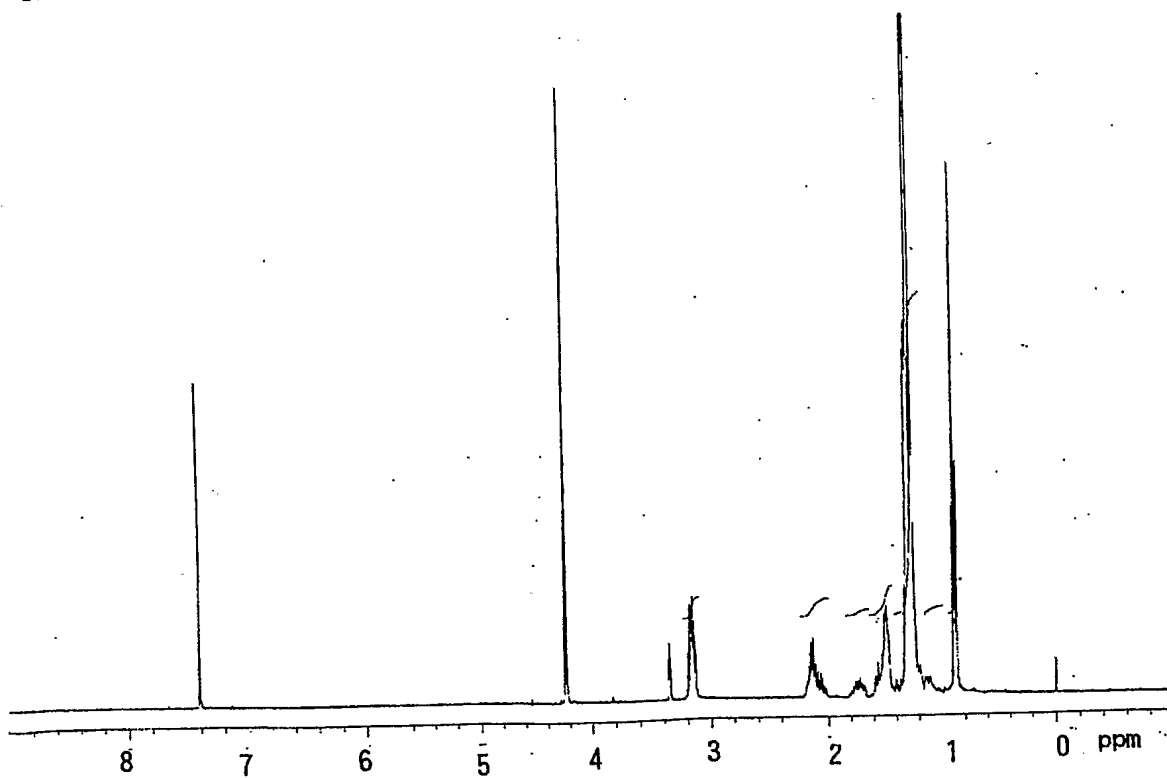
【図 4】



【図 5】

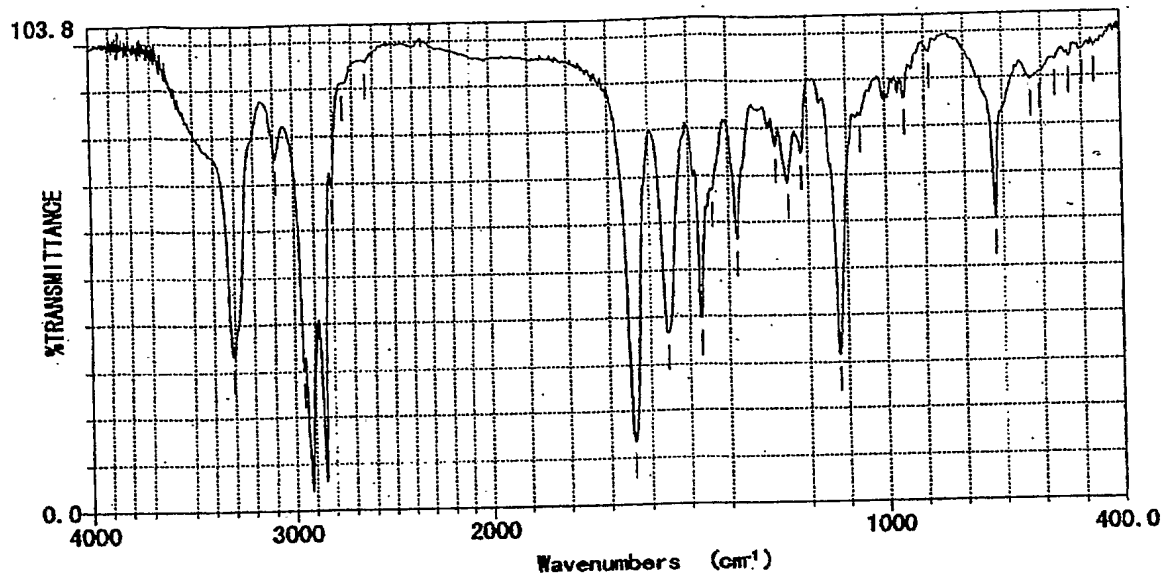


【図 6】

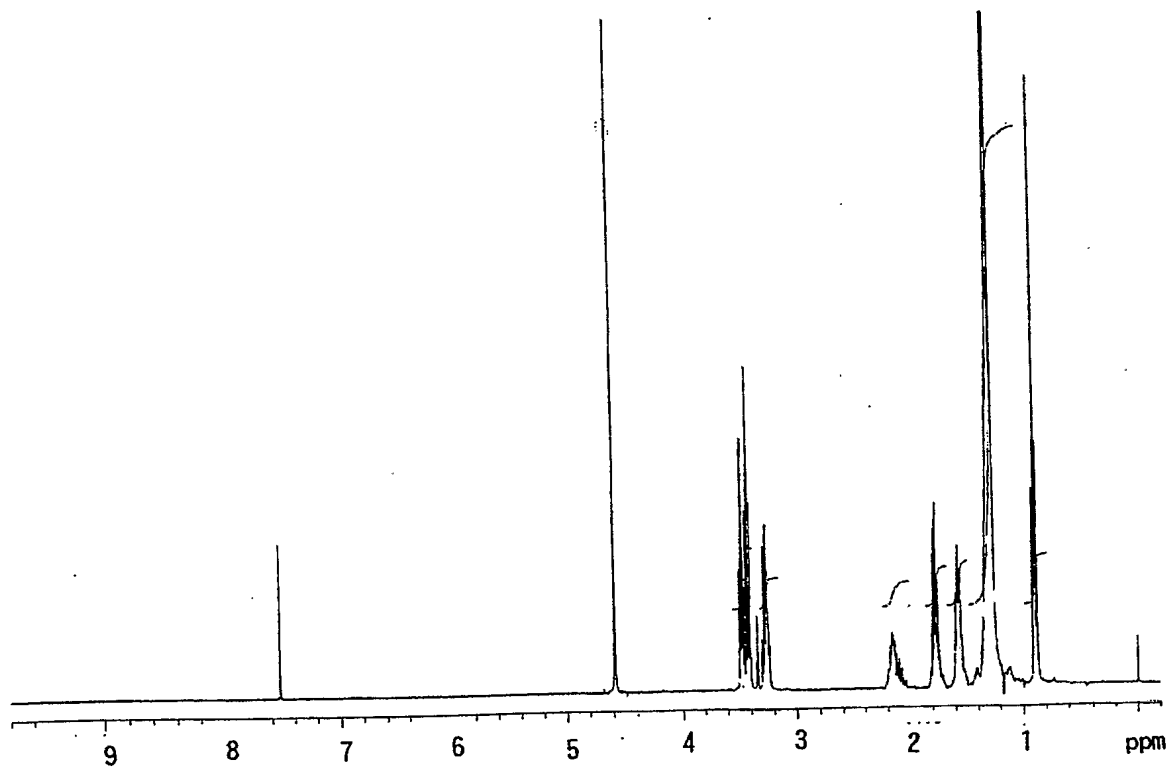




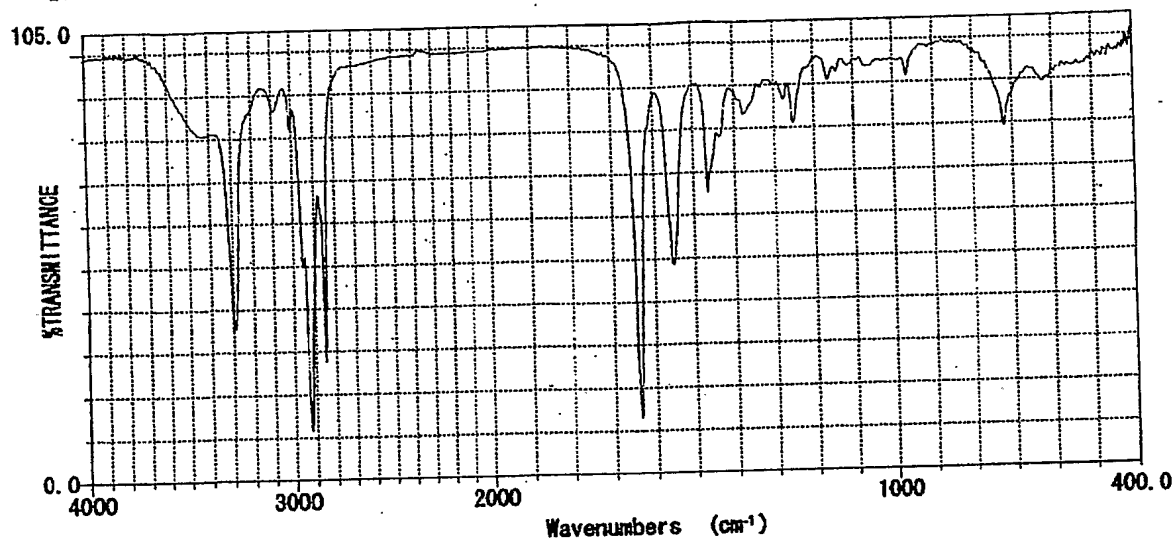
【図 7】



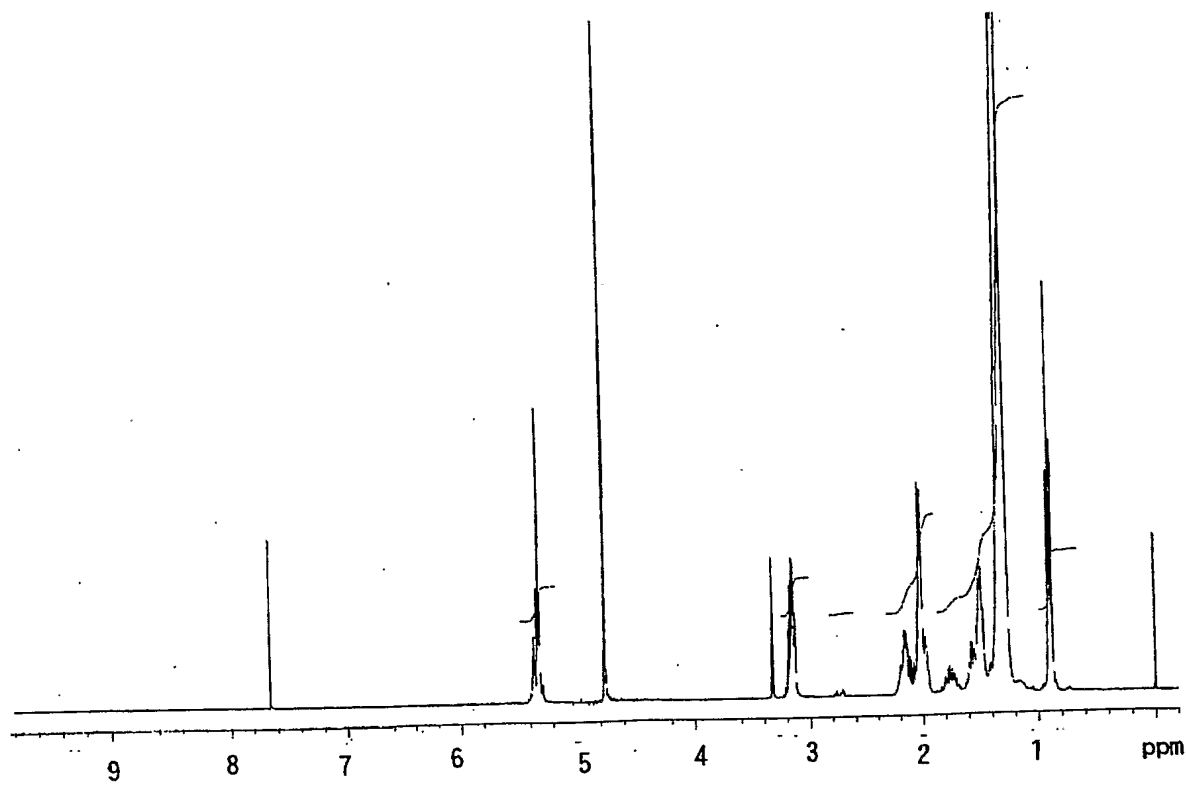
【図 8】



【図 9】



【図 10】



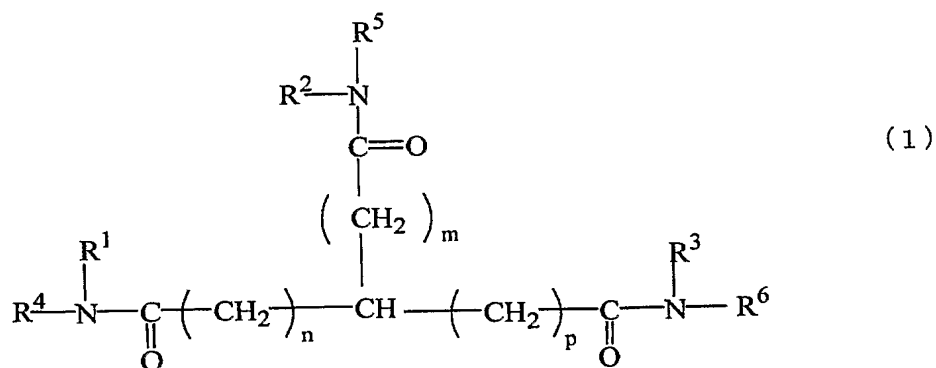
【書類名】 要約書

【要約】

【課題】油性基材に対して優れたゲル化能を有し、ゲル強度が高く、透明性の良好なゲル状組成物を与えるゲル化剤、及びゲル強度が高く、透明性の良好なゲル状組成物を提供すること。

【解決手段】 一般式 (1)

【化1】



(式中、 $R^1$ 、 $R^2$ 及び $R^3$ はそれぞれ独立に水素原子又は炭素数1～3のアルキル基であり、 $R^1$ 、 $R^2$ 及び $R^3$ の少なくとも一つは水素原子である。 $R^4$ 、 $R^5$ 及び $R^6$ は、それぞれ独立にエーテル基、アミド基、エステル基、アミノ基及び水酸基の中から選ばれる少なくとも一種を含んでもよい全炭素数6～24の飽和もしくは不飽和の直鎖状又は分岐状炭化水素基を示し、 $m$ 、 $n$ 及び $p$ は、それぞれ独立に0～3の整数を示す。)

で表されるアミド化合物、このアミド化合物を含むゲル化剤である。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 4 - 0 5 6 4 0 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 0 9 1 8 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 4 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都中央区日本橋茅場町 1 丁目 1 4 番 1 0 号

氏 名

花王株式会社